



Pupuk diamonium fosfat



© BSN 2005

Hak cipta dilindungi undang-undang. Dilarang menyalin atau menggandakan sebagian atau seluruh isi dokumen ini dengan cara dan dalam bentuk apapun dan dilarang mendistribusikan dokumen ini baik secara elektronik maupun tercetak tanpa izin tertulis dari BSN

BSN
Gd. Manggala Wanabakti
Blok IV, Lt. 3,4,7,10.
Telp. +6221-5747043
Fax. +6221-5747045
Email: dokinfo@bsn.go.id
www.bsn.go.id

Diterbitkan di Jakarta

Daftar isi

Daftar isi i

Prakata ii

1 Ruang lingkup 1

2 Acuan normatif..... 1

3 Istilah dan definisi 1

4 Syarat mutu 1

5 Pengambilan contoh 1

6 Cara uji 2

7 Syarat lulus uji 11

8 Syarat penandaan 11

9 Pengemasan 11

Bibliografi 12



Prakata

Standar Nasional Indonesia (SNI) *Pupuk diamonium fosfat* merupakan revisi dari SNI 02-2858-1992, *Pupuk Diamonium Fosfat (DAP)*. Standar ini direvisi berdasarkan program pemerintah dalam rangka pengembangan industri pupuk serta perlindungan terhadap produsen dan konsumen pupuk. Selain hal tersebut juga untuk menjamin mutu produk yang beredar di dalam negeri dengan syarat mutu yang ditetapkan dan meningkatkan daya saing produk dalam negeri dengan produk luar negeri.

Standar ini telah dibahas dalam rapat konsensus nasional pada tanggal 17 Desember 2002 di Jakarta. Hadir dalam rapat-rapat tersebut wakil-wakil dari instansi terkait, lembaga lptek, produsen dan konsumen.

Standar ini disusun oleh Panitia Teknik 134 S, Kimia Organik dan Agrokimia..



Pupuk diamonium fosfat

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi ruang lingkup, acuan normatif, istilah dan definisi, syarat mutu, pengambilan contoh, cara uji, syarat lulus uji, syarat penandaan dan pengemasan pupuk diamonium fosfat.

2 Acuan normatif

SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

Official Methods of Analysis of AOAC International, 17th Edition, Volume I, 2000, Agricultural Chemicals, Contaminants, Drugs. Chapter 2 – Fertilizers.

3 Istilah dan definisi

3.1

pupuk diamonium fosfat

pupuk majemuk buatan, berbentuk butiran, sebagai sumber hara nitrogen dan fosfat dengan rumus kimia $(\text{NH}_4)_2 \text{HPO}_4$

4 Syarat mutu

Tabel 1 Syarat mutu pupuk diamonium fosfat

No.	Jenis uji	Satuan	Persyaratan
1.	Kadar nitrogen	%	min. 18
2.	Kadar fosfor (dihitung sebagai P_2O_5)	%	min. 46
3.	Kadar air	%	maks. 2
4.	Butiran lolos ayakan 5 US Mesh, tidak lolos ayakan 10 US Mesh	%	min. 80
5.	Cemaran logam - Kadmium (Cd) - Timbal (Pb) - Raksa (Hg)	ppm ppm ppm	maks. 100 maks. 500 maks. 10
6.	Cemaran arsen (As)	ppm	maks. 100

CATATAN Semua persyaratan kecuali kadar air dan butiran dihitung atas dasar bahan kering (adbk)

5 Pengambilan contoh

Cara pengambilan contoh sesuai dengan SNI 19-0428-1998, *Petunjuk pengambilan contoh padatan*.

6 Cara uji

6.1 Kadar nitrogen

Diuji sesuai dengan *Official Methods of Analysis of AOAC International*, 17th Edition, Volume I, 2000, butir 2.4.05.

6.2 Kadar P₂O₅

Diuji sesuai dengan *Official Methods of Analysis of AOAC International*, 17th Edition, Volume I, 2000, butir 2.3.01 dan butir 2.3.02.

6.3 Kadar air

Diuji sesuai dengan *Official Methods of Analysis of AOAC International*, 17th Edition, Volume I, 2000, butir 2.2.03.

6.4 Penentuan butiran

6.4.1 Prinsip

Pembandingan bobot yang (lolos ayakan 5 US Mesh dan tidak lolos ayakan 10 US Mesh) dengan bobot contoh.

6.4.2 Peralatan

- Neraca analitis.
- Seperangkat ayakan US Mesh.

6.4.3 Cara Kerja

- a) Timbang teliti 100 g contoh.
- b) Masukkan ke dalam susunan ayakan 5 US Mesh dan 10 US Mesh, kemudian diayak selama 30 menit.
- c) Timbang bagian yang tertinggal di atas ayakan 10 US Mesh (lolos ayakan 5 US Mesh)

6.4.4 Perhitungan

Butiran lolos ayakan 5 US Mesh, tidak lolos ayakan 10 US Mesh, $\% = \frac{W_2}{W_1} \times 100$

dengan:

W_1 , adalah bobot contoh;

W_2 , adalah bobot yang lolos ayakan 5 US Mesh, tidak lolos ayakan 10 US Mesh.

6.5 Cara uji cemaran logam

6.5.1 Kadmium (Cd)

6.5.1.1 Prinsip

Analisis kadmium dengan spektrofotometer serapan atom berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 228,8 nm.

6.5.1.2 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang 190 nm - 870 nm lebar celah 0,2 nm – 0,7 nm.
- Lampu katoda cekung Cd.
- Labu ukur 100 mL.
- Pipet volume 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL.
- Kaca arloji sesuai dengan ukuran beker gelas tinggi yang di gunakan.
- Beker gelas tinggi.

6.5.1.3 Pereaksi

- Larutan standar induk Cd 1000 ppm.
- Air suling bebas Cd.
- Asam klorida (HCl) pekat, sp.gr 1.18.
- Asam nitrat (HNO₃) pekat, sp.gr 1.38.
- Asam perklorat (HClO₄) pekat, sp.gr 1.55.

6.5.1.4 Cara kerja

6.5.1.4.1 Preparasi contoh

A. Pupuk anorganik dan rock fosfat

- a) Timbang contoh (1 – 5) gram secara akurat ke dalam beker gelas tinggi.
- b) Tambah lebih kurang 30 mL asam klorida (HCl) pekat dan 10 mL asam nitrat (HNO₃) pekat.
- c) Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit. Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan.
- d) Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1+ 5) , panaskan hingga larut semua.
- e) Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil di bilas dengan akuades.
- f) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu di saring.
- g) Larutan siap di ukur dengan alat SSA.

B. Contoh yang mengandung silika tinggi

- a) Timbang (2 – 5) gram contoh secara akurat ke dalam beker gelas tinggi.
- b) Basahi contoh dengan sedikit penambahan akuades.
- c) Tambahkan lebih kurang 5 mL asam nitrat (HNO₃) pekat dan 10 mL asam perklorat (HClO₄) pekat.
- d) Tutup dengan kaca arloji yang sesuai. Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit, sambil sewaktu-waktu di goyang untuk melarutkan zat yang tidak larut. Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan.
- e) Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua.
- f) Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil di bilas dengan akuades.
- g) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu di saring.
- h) Larutan siap di ukur dengan alat SSA.

C. Pupuk yang mengandung zat organik

- a) Timbang (2 – 5) gram contoh secara akurat ke dalam beker gelas tinggi
- b) Tambah 15 mL asam klorida (HCl) pekat dan 5 mL asam nitrat (HNO₃) pekat.
- c) Tutup dengan kaca arloji yang sesuai . Panaskan secara perlahan di atas pemanas listrik, bila timbul busa hentikan pemanasan biarkan dingin kemudian tambah 15 mL

asam klorida (HCl) pekat dan 5 mL asam nitrat (HNO₃) pekat, sambil membilas bagian dinding beker gelas tinggi.

- d) Panaskan kembali hingga larut sempurna. sambil sewaktu-waktu di goyang untuk melarutkan zat yang tidak larut.
- e) Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan.
- f) Bila tidak timbul busa, langsung tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5)
- g) Panaskan hingga larut semua, pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil di bilas dengan akuades.
- h) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu di saring.
- i) Larutan siap di ukur dengan alat SSA.

6.5.1.4.2 Pembuatan larutan standar

A. Larutan standar baku Cd 100 ppm

Pipet 10 mL larutan induk kadmium 1000 ppm ke dalam labu 100 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO₃ 1 N).

B. Larutan standar baku Cd 10 ppm

Pipet 10 mL larutan induk kadmium 100 ppm ke dalam labu 100 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO₃ 1 N).

C. Larutan standar kerja Cd 0,0 ppm; 0,2 ppm ; 0,5 ppm; 1,0 ppm dan 2,0 ppm

Pipet sesuai kebutuhan larutan induk kadmium 10 ppm ke dalam labu 50 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO₃ 1 N).

6.5.1.4.3 Pengukuran

- a) Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya.
- b) Ukur absorban larutan Standar dan contoh dengan alat SSA.
- c) Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorban yang terukur oleh alat SSA.
- d) Hitung koefisien regresi dari kurva standar.(minimal $r = 0,9975$), buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar.
- e) Hitung konsentrasi contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui slope

6.5.1.4.4 Pengendalian mutu hasil uji

- a) Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD).
- b) Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu .
- c) Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %.
- d) Lakukan analisis blangko.

6.5.1.2 Perhitungan

$$\text{Kadar Cd, ppm} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

C adalah konsentrasi (ppm) Cd hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;

P adalah faktor pengenceran;

W adalah bobot contoh (g);

V adalah volume akhir labu (mL).

Sesuaikan hasil perhitungan bila di laporkan atas dasar berat kering.

6.5.2 Timbal (Pb)

6.5.2.1 Prinsip

Analisis timbal dengan spektrotometer serapan atom berdasarkan pada proses penyerapan energi radiasi atom pada panjang gelombang 283,3 nm.

6.5.2.2 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA) yang mempunyai panjang gelombang 190 nm – 870 nm lebar celah 0,2 nm – 0,7 nm.
- Lampu katoda cekung Pb.
- Labu ukur 100 mL.
- Pipet volume 25 mL.
- Pipet volume 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL.
- Kaca arloji sesuai dengan ukuran beker gelas tinggi yang di gunakan.
- Beker gelas tinggi.

6.5.2.3 Pereaksi

- Larutan standar induk Pb 1000 ppm.
- Akuades bebas Pb.
- Asam klorida (HCl) pekat, sp.gr 1,18.
- Asam nitrat (HNO₃) pekat, sp.gr 1,38.
- Asam perklorat (HClO₄) pekat, sp.gr 1,55.

6.5.2.4 Cara kerja

6.5.2.4.1 Preparasi contoh

A. Pupuk anorganik dan rock fosfat

- a) Timbang contoh (1- 5) gram secara akurat ke dalam beker gelas tinggi.
- b) Tambah lebih kurang 30 mL asam klorida (HCl) pekat dan 10 mL asam nitrat (HNO₃) pekat.
- c) Tutup dengan kaca arloji yang sesuai.
- d) Panaskan hingga mendidih lebih kurang 30 menit diatas pemanas.
- e) Buka kaca arloji penutup, evaporasi larutan hingga kering di atas *water-bath*
- f) Tambah sejumlah kecil HCl, ulangi evaporasi hingga kering dan biarkan dingin.
- g) Tambah lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5).
- h) Panaskan hingga larut semua dan dinginkan.
- i) Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil di bilas dengan akuades.
- j) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu di saring.
- k) Larutan siap di ukur dengan alat SSA.

B. Pupuk yang mengandung zat organik

- a) Timbang (2 – 5) gram contoh secara akurat ke dalam beker gelas tinggi.
- a) Tambah 30 mL asam nitrat (HNO_3) pekat.
- b) Tutup dengan kaca arloji yang sesuai, panaskan secara perlahan di atas pemanas listrik, bila timbul busa hentikan pemanasan biarkan dingin semalaman, kemudian tambahkan (30 – 50) mL campuran HClO_4 - HNO_3 .
- c) Panaskan kembali tanpa kaca arloji penutup, hingga uap asam terevaporasi. Bila sudah muncul uap putih, tutup kembali dengan kaca arloji, dan panaskan minimal 10 menit, hingga larut sempurna. sambil sewaktu-waktu di goyang untuk melarutkan zat yang tidak larut.
- d) Bila destruksi zat organik masih belum sempurna tambahkan sedikit lagi HNO_3 dan panaskan kembali hingga larut sempurna.
- e) Buka kaca arloji penutup, biarkan kelebihan uap asam menguap dan dinginkan.
- f) Tambahkan lebih kurang 25 mL HCl (1 + 5), panaskan hingga larut semua.
- g) Pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil di bilas dengan akuades.
- h) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades dan bila perlu di saring, larutan siap di ukur dengan alat SSA.

6.5.2.4.2 Pembuatan larutan standar**A. Larutan standar baku Pb 100 ppm**

Pipet 10 mL larutan induk timbal 1000 ppm ke dalam labu 100 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1 N).

B. Larutan standar baku Pb 10 ppm

Pipet 10 mL larutan induk timbal 100 ppm ke dalam labu 100 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1 N).

C. Larutan standar kerja Pb 0,0 ppm; 2.0 ppm , 5.0 ppm, 10.0 ppm, 20.0 ppm

Pipet sesuai kebutuhan larutan induk timbal 10 ppm ke dalam labu 50 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1 N).

6.5.2.4.3 Pengukuran

- a) Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya.
- b) Ukur absorban larutan standar dan sampel dengan alat SSA.
- c) Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorban yang terukur oleh alat SSA.
- d) Hitung koefisien regresi dari kurva standar.(minimal $r = 0,9975$).
- e) Buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar.
- f) Hitung konsentrasi contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui slope.

6.5.2.4.4 Pengendalian mutu hasil uji

- a) Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD).
- b) Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu.
- c) Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %.
- d) Lakukan analisis blangko.

6.5.2.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Pb, ppm} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

C adalah konsentrasi (ppm) Pb hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;

P adalah faktor pengenceran;

W adalah bobot contoh (g);

V adalah volume akhir labu (mL).

6.5.3 Raksa (Hg)

6.5.3.1 Prinsip

Raksa dioksida menjadi ion raksa, ion raksa kemudian direduksi menjadi logam raksa, dilanjutkan dengan analisa serapan atom uap dingin pada panjang gelombang 253,7 nm.

6.5.3.2 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SAA) yang mempunyai panjang gelombang 190 nm – 870 nm dan lebar celah 0,2 nm – 0,7 nm.
- *Mercuri vapour unit* (MVU).
- Lampu katoda cekung Hg.
- Labu destruksi tutup asah yang dapat di hubungkan dengan pendingin refluks.

6.5.3.3 Pereaksi

- Larutan standar Hg 1000 ppm.
- Akuades bebas Hg.
- Asam nitrat (HNO₃) pekat.
- Kalium permanganat (KMnO₄) 0,5 %.
- Asam sulfat (H₂SO₄) pekat.
- Asam nitrat (HNO₃) pekat.
- Larutan natrium klorida hidroksilamin sulfat (larutkan 120 g NaCl dan 120 g (NH₂OH)₂H₂SO₄ dalam 1 liter air.

6.5.3.4 Preparasi contoh

A. Pupuk

- a) Timbang secara akurat contoh sebanyak (2 – 5) gram pupuk anorganik atau (5 -10) gram untuk yang mengandung zat organik ke dalam labu destruksi bertutup asah yang dapat di hubungkan dengan pendingin refluks.
- b) Bila perlu basahi contoh dengan lebih kurang 5 mL akuades dan tambahkan beberapa butir batu didih, tambah (10 – 20) mL asam nitrat (HNO₃) dan 10 mL asam sulfat (H₂SO₄) pekat.
- c) Hubungkan dengan pendingin refluks.
- d) Di rekomendasikan untuk mendiamkan selama satu malam.
- e) Panaskan kurang lebih 1 jam.
- f) Hentikan pemanasan bila muncul uap putih. Dinginkan, tambahkan 2 mL larutan KMnO₄ (dalam hal pupuk mengandung zat organik, tambah 1 gram KMnO₄) dan dididihkan. Jika larutan tetap tidak berwarna, tambah lagi KMnO₄ hingga warna stabil minimal 10 menit.

- g) Dinginkan, pindahkan ke dalam labu 100 mL sambil membilas pendingin refluks
- h) Tepatkan hingga tanda batas dengan akuades bebas merkuri.
- i) Larutan siap di ukur dengan alat SSA.

6.5.2.4.2. Pembuatan larutan standar

A. Larutan standar baku Hg 100 ppm

Pipet 10 mL larutan induk merkuri 1000 ppm ke dalam labu 100 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1 N).

B. Larutan standar baku Hg 10 ppm

Pipet 10 mL larutan induk merkuri 100 ppm ke dalam labu 100 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1 N).

C. Larutan standar baku Hg 1 ppm

Pipet 10 mL larutan induk merkuri 10 ppm ke dalam labu 100 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1 N).

D. Larutan standar kerja Hg 0,0 ppb ; 10,0 ppb; 20,0 ppb; 40,0 ppb; 50,0 ppb; 100 ppb

Pipet sesuai kebutuhan larutan induk merkuri 1 ppm ke dalam labu 50 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1 N). Perlakukan sama antara sampel dengan standar (lihat preparasi contoh).

6.5.2.4.3 Pengukuran

- a) Siapkan peralatan SSA dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaannya.
- b) Pindahkan larutan standar dan contoh ke dalam tabung SSA, tambah tetes demi tetes larutan hidroksil-amin hidroklorida hingga warna KMnO_4 tidak muncul lagi (tepat hilang).
- c) Segera tambahkan 10 mL SnCl_2 dan langsung hubungkan dengan peralatan aerasi SSA.
- d) Ukur absorban larutan standar dan sampel.
- e) Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorban yang terukur oleh alat SSA.
- f) Hitung koefisien regresi dari kurva standar (minimal $r = 0,9975$).
- g) Buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar.
- h) Hitung konsentrasi contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui slope

6.5.2.4.4 Pengendalian mutu hasil uji

- a) Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD).
- b) Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu.
- c) Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %.

6.5.3.5 Perhitungan

$$\text{Kadar Hg, ppb} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

C adalah konsentrasi (ppb) Pb hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;

P adalah faktor pengenceran;

W adalah bobot contoh (g);

V adalah volume akhir labu (mL);

6.6 Arsen (As)

6.6.1 Prinsip

Contoh didestruksi dengan asam menjadi larutan arsen. Larutan As^{5+} direduksi dengan KI menjadi As^{3+} dan direaksikan dengan NaBH_4 atau SnCl_2 sehingga terbentuk AsH_3 yang kemudian dibaca dengan SSA pada panjang gelombang 193,7 nm.

6.6.2 Pereaksi

- Natrium borohidrida
Larutkan 3 gr NaBH_4 dan 3 gr NaOH dalam 500 mL air suling.
- Asam klorida 8 M
Encerkan 66 mL HCl 37% hingga 100 mL air suling
- Timah klorida 10%
Timbang 50 gr $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ kedalam piala gelas 200 mL. Tambah 100 mL HCl 37%. Panaskan hingga larutan jernih. Dinginkan, kemudian tuangkan kedalam labu ukur 500 mL dan tambahkan dengan air suling.
- Kalium iodida 20 %
Timbang 20 gr KI kedalam labu ukur 100 mL, dan tambahkan dengan air suling (larutan harus dibuat langsung sebelum digunakan)
- Asam klorida pekat.
- Asam sulfat pekat.
- Asam perklorat.

6.6.3 Peralatan

- Spektrofotometer serapan atom (SSA).
- Lampu arsen.
- Generator (HVG).
- Tabung reaksi atau "auto sampler".
- Hydride vapour unit (HVU).
- Pipet volume 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 10,0 mL.

6.6.4 Cara kerja

6.6.4.1 Preparasi contoh

- a) Timbang contoh (1– 5) gram secara akurat ke dalam beker (di rekomendasikan porselin).
- b) Basahi dengan sedikit H_2O .
- c) Tambah 2 mL H_2SO_4 , lebih kurang 5 mL HNO_3 , dan 20 mL HClO_4 .
- d) Panaskan sampai muncul uap putih HClO_4 , hingga hampir kering(hati-hati).
- e) Biarkan dingin, tambah akuades hingga larut.

- f) Pindahkan ke dalam labu ukur 100 mL sambil di bilas.
- g) Larutan siap di ukur dengan alat SSA..

6.6.4.2 Pembuatan standar

A. Larutan standar baku As 100 ppm

Pipet 10mL larutan induk Arsen 1000 ppm ke dalam labu 100 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1 N).

B. Larutan standar baku As 10 ppm

Pipet 10 mL larutan induk arsen 100 ppm ke dalam labu 100 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1 N).

C. Larutan standar baku As 1 ppm

Pipet 10 mL larutan induk arsen 10 ppm ke dalam labu 100 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1 N).

D. Larutan standar kerja As 0,0 ppb; 10,0 ppb; 20,0; 40,0; 50,0; 100 ppb

Pipet sesuai kebutuhan larutan induk Arsen 1 ppm ke dalam labu 50 mL, tepatkan hingga tanda batas dengan larutan pengencer (HNO_3 1 N). Perlakukan sama antara sampel dengan standar (lihat preparasi contoh).

6.6.4.3 Pengukuran dan persiapan alat

- a) Hubungkan generator HVG pada SSA berikut kelengkapannya, kemudian nyalakan alat, atur kondisi alat sesuai dengan instruksi kerja alat
- b) Siapkan NaBH_4 dan HCl dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat.
- c) Pipet 25 mL larutan contoh dan standar serta blangko, tambahkan 2 mL HCl 8 M dan 0,1 mL KI 20%, dan 1 mL SnCl_2 kemudian biarkan minimal 2 menit.
- d) Nyalakan burner serta tombol pengatur aliran pereaksi dan aliran contoh
- e) Ukur absorbansi larutan standar dan contoh dengan blangko sebagai koreksi
- f) Buat kurva kalibrasi larutan standar (setiap kali melakukan pengujian) dengan memplotkan antara konsentrasi standar dengan absorbansi yang terukur oleh alat SSA.
- g) Hitung koefisien regresi dari kurva standar (minimal $r = 0,9975$).
- h) Buat persamaan regresi kurva kalibrasi standar.
- i) Hitung konsentrasi contoh melalui kurva kalibrasi atau melalui slope.

6.6.4.4 Pengendalian mutu hasil uji

- a) Lakukan analisis minimal duplo, dengan perbedaan antara keduanya tidak boleh lebih dari 8 % (RSD).
- b) Lakukan pemantauan unjuk kerja alat SSA dengan frekuensi tertentu.
- c) Lakukan uji *recovery*/temu balik dengan frekuensi tertentu, dengan kisaran/rentang % *recovery* adalah 85 % - 115 %.
- d) Lakukan analisis blangko.

6.6.5 Perhitungan

$$\text{Kadar As (ppb)} = \frac{C \times P \times V}{W}$$

dengan:

- C adalah ppm arsen hasil plotting dari kurva kalibrasi atau melalui persamaan garis kurva standar;
- P adalah faktor pengenceran;
- W adalah bobot contoh dalam gram;
- V adalah volume akhir labu.

7 Syarat lulus uji

Produk dinyatakan lulus uji apabila telah memenuhi syarat mutu, pada butir 4.

8 Syarat penandaan

Pada setiap kemasan dicantumkan minimal:

- nama produk/nama dagang;
- kadar hara fosfat dan nitrogen;
- lambang/logo perusahaan;
- isi dan berat bersih;
- nama dan alamat produsen atau importir;
- tulisan “Jangan digancu”.

9 Pengemasan

Produk dikemas dalam wadah yang tertutup rapat, tidak dipengaruhi atau mempengaruhi isi, aman dalam penyimpanan dan pengangkutan.

Bibliografi

Arthur I. Vogel, D Sc, D.I.C : F.R.I.C, Ed. 3. Quantitative, inorganic Analysis, Sec. III, 18 : III, 20, John Wiley & Sons, Inc, 1984.

Ed, J.R. Landon, Booker Tropical Soil Manual, A handbook for soil survey and agricultural land evaluation in tropics and subtropics, Composition and effect of main commercial fertilizers, Booker Agricultural International Limited, England, 1984,

Official Methods of Analysis Fertilizers, The National Institute of Agricultural Science, Ministry of Agricultural, Forestry and Fisherish, Japan.

W.P. Mortensen, A.S Baker, and G.L. Terman, Source and Rate of Application of Phosphorus Fertilizer for Vegetable Crops in Western Washington, Washington Agricultural experiment Station Bulletin 652, 1964.











BADAN STANDARDISASI NASIONAL - BSN
Gedung Manggala Wanabakti Blok IV Lt. 3-4
Jl. Jend. Gatot Subroto, Senayan Jakarta 10270
Telp: 021- 574 7043; Faks: 021- 5747045; e-mail : bsn@bsn.go.id